

Requested Patent: JP3147540A

Title: PRODUCTION OF SUBSTRATE FOR OPTICAL RECORDING MEDIUM ;

Abstracted Patent: JP3147540 ;

Publication Date: 1991-06-24 ;

Inventor(s): YOSHINO HITOSHI ;

Applicant(s): CANON INC ;

Application Number: JP19890283025 19891101 ;

Priority Number(s): ;

IPC Classification: G11B7/26; G11B7/24 ;

Equivalents: ;

ABSTRACT:

PURPOSE: To easily and continuously produce a substrate for an optical recording medium having small double refraction and good molding property by molding a specified bis-(hydroxyphenyl) alkane polycarbonate resin into substrates by extrusion method.

CONSTITUTION: Bis-(hydroxyphenyl) alkane polycarbonate resin having 18,000 - 50,000 number average mol.wt. is molded by extrusion method. The number average mol. wt. of the polycarbonate resin is preferably 25,000 - 50,000. It is also preferable that the substrate is produced by extrusion molding at the resin temp. of 200 - 400 deg.C and roll temp. of 100 - 200 deg.C and that the produced substrate shows the degree of double refraction to

## ⑫ 公開特許公報(A) 平3-147540

⑤ Int. Cl.<sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成3年(1991)6月24日

G 11 B 7/26  
7/24Z 8120-5D  
8120-5D

審査請求 未請求 請求項の数 5 (全8頁)

⑭ 発明の名称 光記録媒体用基板の製造方法

⑯ 特 願 平1-283025

⑰ 出 願 平1(1989)11月1日

⑱ 発 明 者 芳 野 齊 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内

⑲ 出 願 人 キヤノン株式会社 東京都大田区下丸子3丁目30番2号

⑳ 代 理 人 弁理士 渡辺 徳廣

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

光記録媒体用基板の製造方法


## 2. 特許請求の範囲

(1) レーザービーム等の光ビームの照射によって、反射率、屈折率などの光学特性を変化させて情報の記録・再生を行なう光記録媒体用の基板を製造する方法において、数平均分子量が18000～50000のビス(ヒドロキシフェニル)アルカン系ポリカーボネート樹脂を押し出し成形して基板を連続的に製造することを特徴とする光記録媒体用基板の製造方法。

(2) 樹脂温度200～400℃、ロール温度100～200℃の条件下で押し出し成形する請求項1記載の光記録媒体用基板の製造方法。

(3) 前記押し出し成形によって成形された基板の記録・再生光が通る有効部分の複屈折が記録・再生光に対して、ダブルパスで100nm以下である請求項1記載の光記録媒体用基板の製造方法。

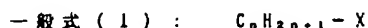
(4) 前記ビス(ヒドロキシフェニル)アルカン系ポリカーボネート樹脂として、二価フェノール系化合物及び末端停止剤として下記一般式(1)又は(2)で表される化合物を用いて得られる末端鎖アルキルポリカーボネート樹脂からなるポリカーボネートを用いる請求項1記載の光記録媒体用基板の製造方法。

一般式(1):  $C_nH_{2n+1}-X$ 一般式(2):  $C_nH_{2n+1}-Y$  

(式中、Xは-COCl又は-COOH、Yは単なる結合又は-COO-を表し、nは8～30の整数を表す。)

(5) 前記ビス(ヒドロキシフェニル)アルカン系ポリカーボネート樹脂として、二価フェノール系化合物及び分岐化剤としてフェノール性水酸基を有する三官能以上の多官能性有機化合物を前記二価フェノール系化合物に対して0.01～3モル%用いて得られる分岐化ポリカーボネート樹脂と、二価フェノール系化合物及び末端停止剤として下

記一般式(1)又は(2)で表される化合物を用いて得られる末端長鎖アルキルポリカーボネート樹脂との混合物からなるポリカーボネートを用いる請求項1記載の光記録媒体用基板の製造方法。



(式中、Xは $-COCl$ 又は $-COOH$ 、Yは単なる結合又は $-COO-$ を表し、nは8~30の整数を表す。)

### 3. 発明の詳細な説明

#### 〔産業上の利用分野〕

本発明は光記録媒体用基板の製造方法に関し、詳しくは光学的に情報の記録・再生を行なう光記録媒体用基板の製造方法に関する。

#### 〔従来の技術〕

従来、各種情報の記録には磁気テープ、磁気ディスク等の磁気材料、各種半導体メモリー等が主として用いられてきた。この様な磁気メモリー、

半導体メモリーは情報の書き込みおよび読みだしを容易に行うことができるという利点はあるが、反面、情報の内容を容易に改ざんされたり、また高密度記録ができないという問題点があった。かかる問題点を解決するために、多種多様の情報を効率良く取り扱う手段として、光記録媒体による光学的情報記録方法が提案され、その為の光学的情報記録担体、記録再生方法、記録再生装置等が提案されている。

かかる情報記録担体としての光記録媒体は、一般にレーザー光を用いて光記録媒体上の光記録層の一部を揮散させるか、反射率の変化を生じさせるか、あるいは変形を生じさせて、光学的な反射率や透過率の差によって情報を記録し、あるいは再生を行なっている。この場合、光記録層は情報の書き込み後、現像処理などの必要がなく、「書いた後に直読する」ことのできる、いわゆるDRAW(ダイレクト リード アフター ライト; direct read after write)媒体であり、高密度記録が可能であり、また追加書き込みも可能である

ことから、情報の記録・保存媒体として有効である。

第2図は、従来の光記録媒体の模式的断面図である。同第2図において、11は透明樹脂基板、12はトラック溝部、13は光記録層、14はスペーサー・接着層、15は保護層である。同第2図において、情報の記録・再生は透明樹脂基板11およびトラック溝部12を通して光学的に書き込みと読み出しを行なう。この際、トラック溝部12の微細な凹凸を利用してレーザー光の位相差によりトラッキングを行うことができる様に構成されている。

#### 〔発明が解決しようとする課題〕

従来の第2図に示した光記録媒体の透明樹脂基板11の製造方法としては、一般には射出成形法が用いられているが、成形時間が長く、かつ一枚ずつしか製造できないという問題点がある。

一方、本発明者は、第1図に示した押し出し成形法により透明樹脂基板を製造する方法が好ましいことを見出した。この方法は連続製法であり、

生産性の高い方法である。この方法では透明樹脂基板の材料としては、透明性や成形性が良いポリカーボネートが多く用いられている。

しかしながら、上記の成形法においては、成形時の樹脂の冷却および流動過程において生じた熱応力、分子配向、ガラス転移点付近の容積変化による残留応力等が主たる原因となり、複屈折が生じる問題点がある。複屈折は残留応力と光弾性定数の積として表すことができるので、これらの複屈折などの光学的な歪みの小さい成形物を得るためには、成形時の樹脂の流動性を良くして溶融樹脂の流れによる光学的な不均一を避けるという方法がある。

この問題点を解決するために、従来の射出成形では、樹脂の流動性を良くする方法の一つとして射出時の樹脂温度を高く選ぶ方法が用いられているが、樹脂温度を高くすると樹脂の分解によって黄変などの着色を生じ、得られる成形物の透明性を損なう問題点がある。また、他の方法として、成形に用いるポリカーボネート樹脂として数平均

分子量が低い樹脂を用いて、樹脂の流動性を良くすることも行なわれている。例えば、数平均分子量が10000～20000のポリカーボネート樹脂を用いて射出成形を行なっている。しかしながら、特開昭55-81893号、特開昭58-126119号で用いられているような数平均分子量が12000～18000のポリカーボネート樹脂は、押し出し成形では機械的な強度が不足して成形時に割れが生じたり、凹凸パターンの転写性が良くないという問題点も生じている。

その他の方法としては、溶融時の粘度が低く、流動性の良いポリカーボネートを用いること（特開昭51-4726号、特開昭51-16962号）、または樹脂を成形した後に熱処理（アニール）して複屈折を小さくすること（特開昭52-140817号）などが提案されている。しかしながら、これらの先の提案で用いられている方法は、射出成形で樹脂を成形する時には効果があるが、押し出し成形では高い圧力・温度を加えて高速に成形するために、押し出し成形に用いると、機械的な強度や樹脂の

流動性の点から、樹脂シート端面がヒビ割れたり、流動性が悪くて複屈折が残ったりする問題点がある。また、熱処理（アニール）によって複屈折を削減する方法では生産性が悪いという問題点、および複雑な形状の物を成形する時には形状が熱で変化してしまうという問題点もある。

本発明は、上記の問題を解決するためになされたものであり、複屈折が小さく、成形性の良い光記録媒体用基板を押し出し成形によって容易に連続的に製造する方法を提供することを目的とするものである。

〔課題を解決するための手段〕

すなわち、本発明は、レーザービーム等の光ビームの照射によって、反射率、屈折率などの光学特性を変化させて情報の記録・再生を行なう光記録媒体用の基板を製造する方法において、数平均分子量が18000～50000のビス（ヒドロキシフェニル）アルカン系ポリカーボネート樹脂を押し出し成形して基板を連続的に製造することを特徴とする光記録媒体用基板の製造方法である。

以下、本発明を詳細に説明する。

本発明は、レーザービーム等の光ビームの照射によって、反射率、透過率などの光学特性を変化させて記録・再生を行なう光記録媒体において、数平均分子量が18000～50000のビス（ヒドロキシフェニル）アルカン系ポリカーボネート樹脂を用いて、樹脂温度が200～400℃、ロール温度が100～200℃の条件下で、記録・再生光が通る有効部分の複屈折が記録・再生光に対して、ダブルパスで100nm以下である基板を押し出し成形で連続的に製造することを特徴とする光記録媒体用基板の製造方法である。

本発明において、好ましい実施形態においては、前記ビス（ヒドロキシフェニル）アルカン系ポリカーボネート樹脂として、二価フェノール系化合物及び末端停止剤として下記一般式（1）又は（2）で表される化合物を用いて得られる末端長鎖アルキルポリカーボネート樹脂からなるポリカーボネートを用いる光記録媒体用基板の製造方法が挙げられる。



（式中、Xは-COCl又は-COOH、Yは単なる結合又は-COO-を表し、nは8～30の整数を表す。）

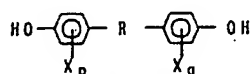
また、前記ビス（ヒドロキシフェニル）アルカン系ポリカーボネート樹脂として、二価フェノール系化合物及び分岐化剤としてフェノール性水酸基を有する三官能以上の多官能性有機化合物を前記二価フェノール系化合物に対して0.01～3モル%用いて得られる分岐化ポリカーボネート樹脂と、二価フェノール系化合物及び末端停止剤として前記一般式（1）又は（2）で表される化合物を用いて得られる末端長鎖アルキルポリカーボネート樹脂との混合物からなるポリカーボネートを用いる方法が挙げられる。

まず、本発明の分岐化ポリカーボネート樹脂は、二価フェノール系化合物として、好ましくは下記一般式（3）で表される化合物を主成分とし

て、これに少量の分岐化剤を使用し、ホスゲン又は炭酸のジエステルと反応させることによって得られる芳香族ポリカーボネート樹脂のホモもしくはコポリマーである。

また、本発明の末端長鎖アルキルポリカーボネート樹脂は、二価フェノール系化合物として、好ましくは下記一般式(3)で表される化合物を主成分として、これに少量の前記の一般式(1)又は(2)で表される末端停止剤の一官能性化合物を使用し、ホスゲン又は炭酸のジエステルと反応させることによって作られる芳香族ポリカーボネート樹脂のホモもしくはコポリマーである。

一般式(3)：



(式中、Rは炭素原子数1～15の二価の脂肪族、脂環族もしくはフェニル置換アルキル基、または-O-、-S-、-SO-、-SO<sub>2</sub>-、-CO-である。Xはアル

系化合物としては、ビス(4-ヒドロキシフェニル)メタン、1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)エタン、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)ブタン、1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)シクロヘキサン、2,2-ビス(4-ヒドロキシ-3,5-ジクロロフェニル)プロパン、2,2-ビス(4-ヒドロキシ-3-ジブromofeニル)プロパン、2,2-ビス(4-ヒドロキシ-3-ジクロロフェニル)プロパン、2,2-ビス(4-ヒドロキシ-3,5-ジメチルフェニル)プロパン、ビス(4-ヒドロキシフェニル)エーテル、ビス(4-ヒドロキシフェニル)スルホン、ビス(4-ヒドロキシフェニル)スルフィド、ビス(4-ヒドロキシフェニル)スルホキシド、ビス(4-ヒドロキシフェニル)ケトン、1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)-1-フェニルエタン、ビス(4-ヒドロキシフェニル)ジフェニルメタン等が例示される。

また、分岐化剤としては、フェノール性水酸基を有する三官能以上の多官能性有機化合物が用い

キル基、アリール基もしくはハロゲン原子であり、p、qは0、1または2の整数である。)

上記一般式(1)で示される末端停止剤として用いる一官能性有機化合物としては、カプリン酸クロライド、ラウリン酸クロライド、ミリスチン酸クロライド、パルミチン酸クロライド、ステアリン酸クロライド、セロチン酸クロライド、カプリン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、セロチン酸などの脂肪酸化合物が例示される。

また、一般式(2)で示される末端停止剤として用いる一官能性有機化合物としては、オクチルフェノール、ノリルフェノール、ラウリルフェノール、パルミチルフェノール、ステアリルフェノール等の長鎖アルキル置換フェノール；ヒドロキシ安息香酸オクチル、ヒドロキシ安息香酸ラウリル、ヒドロキシ安息香酸ノリル、ヒドロキシ安息香酸ステアリル等のヒドロキシ安息香酸長鎖アルキルエステル等が例示される。

また、一般式(3)で示される二価フェノール

られ、例えばフロログリシン、2,6-ジメチル-2,4,6-トリ(4-ヒドロキシフェニル)ヘプテン、1,3,5-トリ(2-ヒドロキシフェニル)ベンゾール、1,1,1-トリ(4-ヒドロキシフェニル)エタン、2,6-ビス(2-ヒドロキシ-5-メチルベンジル)-4-メチルフェノール、α、α', α"-トリ(4-ヒドロキシフェニル)-1,3,5-トリイソプロピルベンゼンなどで例示されるポリヒドロキシ化合物、および3,3-ビス(4-ヒドロキシアリール)オキシインドール(=イサチンビスフェノール)、5-クロルイサチン、5,7-ジクロルイサチン、5-ブromイサチン等が挙げられる。

本発明において、末端長鎖アルキルポリカーボネート樹脂の製造における上記一般式(3)で表される二価フェノール系化合物に対する上記一般式(1)または(2)で示される一官能性化合物の使用量は、通常は3～10モル%、好ましくは4.4～7モル%の範囲であり、3モル%未満では流動性の改良が不十分であり、10モル%を越えると分子量が低くなり、樹脂組成物としてよりも可

塑剤としての使用の傾向が大きく物性の劣化が生じがちとなるので好ましくない。

また、分岐化ポリカーボネート樹脂の製造において、一般式(3)の二価フェノール系化合物に対する分岐化剤である多官能性フェノールの使用量は、通常0.01~3モル%、好ましくは0.1~1.0モル%の範囲が好ましい。0.01モル%未満では十分な分岐構造が生成されず、また3モル%を越えると一部に高分子量物が生成し、このため成形品の透明性が劣化するなどの不都合が生じるので好ましくない。

本発明において、分岐化ポリカーボネート樹脂Aと末端長鎖アルキルポリカーボネート樹脂Bとの組成比は、 $A:B=1:99\sim99:1$ の範囲から通常選択されるものであり、流動性の改良、糸ひきの障害を除く面からは、 $A:B=3:97\sim97:3$ 、特に $5:95\sim95:5$ の範囲の組成物とするのが良い。

本発明に使用する末端長鎖アルキルポリカーボネート樹脂は分子末端に長鎖のアルキル基を有す

るので、大幅にその流動性「Q値」が改善される。ただし、「Q値」とは、高架式フローテスターで測定した熔融粘度で、 $280^{\circ}\text{C}$ 、 $160\text{kg/cm}^2$ の圧力下に、 $1\text{mm}\phi\times 10\text{mmL}$ のノズルより流出する熔融樹脂量を $\text{cc/sec}$ の単位で表したものであり、熔融粘度の低下と共に流れ値「Q値」は増加する。

また、分岐化ポリカーボネート樹脂は分岐化により、その流動特性「Q値」が改善されている。すなわち、分岐化された通常の末端(例えば、末端p-ターシャリーブチルフェノール)を有するポリカーボネート樹脂は、非分岐化ポリカーボネート樹脂に比べて優れた流動性を示すものである。このため、通常のポリカーボネート樹脂に分岐化ポリカーボネート樹脂を混合してなる樹脂組成物の流動性は、通常のポリカーボネートに比べ、やや上昇する。

本発明において用いられるポリカーボネート樹脂組成物においては、組成物の「Q値」と成形品の複屈折とが相関関係にある。すなわち、組成

物の「Q値」が $20\times 10^6\text{cc/sec}$ 以上、好ましくは $30\times 10^6\text{cc/sec}$ 以上であれば、従来、光学用材料として用いられてきたポリカーボネート樹脂と末端長鎖アルキルポリカーボネートとの組成物の平均分子量および組成比は、流動性を示す「Q値」が $20\times 10^6\text{cc/sec}$ 以上、好ましくは $30\times 10^6\text{cc/sec}$ 以上となるように設定すれば良い。このためには、押し出し成形を用いた光記録媒体用基板の製造において用いるポリカーボネート樹脂の数平均分子量は18000~50000が適当であり、より好ましくは25000~50000である。数平均分子量が50000をこえて高いと、樹脂の熔融粘度が高いために熔融・成形の温度が高くなってしまい、樹脂の熱分解による黄変を生じ易くなり、その上凹凸パターンの転写性が悪くなる。その反対に樹脂の数平均分子量が18000未満で小さいと、機械的な強度が低くなってしまい成形時に割れなどが生じ易くなり、また樹脂の耐久性・耐溶剤性などが悪くなってしまう。

また、押し出し成形では、樹脂温度が200~

$400^{\circ}\text{C}$ の高い温度に加熱して成形するために、樹脂のガラス転移点は $125^{\circ}\text{C}$ 以上が望ましい。

本発明において用いられる押し出し成形法では、従来の射出成形法に比べて熔融した樹脂の成形時の流動速度が小さいために、平均分子量が高い樹脂でも複屈折が小さい透明樹脂基板を製造することができるが、その反面、押し出した樹脂を巻き取るために張力がかかるために、機械的な強度は必要である。そのために用いる最適なポリカーボネート樹脂の平均分子量は同じ樹脂を用いても少し高い樹脂の方が好ましい。

また、前記ポリカーボネート樹脂には、必要に応じて、亜リン酸とアルコール類またはフェノール類とのジエステルまたはトリエステルなどの亜リン酸エステルを加えても良い。その他、必要に応じて、耐久性、耐光性の向上のために、必要量の紫外線吸収剤をポリカーボネート樹脂に混合することができる。紫外線吸収剤としてはサリチル酸系、ベンゾフェノン系、ベンゾトリアゾール系、シアノアクリレート系等を用いることができ

る。樹脂への混入方法は溶融法等を用いることができる。

本発明においては、上記のようにして調製したポリカーボネート樹脂を、押し出し成形を行なって光記録媒体用基板を作製する。第1図は本発明の光記録媒体用基板の製造方法の一例を示す説明図である。同第1図において、1は樹脂基板、2は成形ロール、3は加圧ロール、4はTダイ、5はルーダー、6はホッパー、7は引き取りロールである。成形ロール2と加圧ロール3のロールの間隔は、樹脂基板1の表面に成形ロール2に設けられスタンプの凹凸が充分に転写し得る様に調整することが可能に構成されている。

第1図において、ルーダー5のTダイ4から押し出しされたポリカーボネート樹脂シートは、軟化した状態で成形ロール2と加圧ロール3のロール間に挿入され、成形ロール2の凹凸面と加圧ロール3の鏡面により押圧されて、樹脂基板1の表面にスタンプの凹凸状の信号が逐次転写される。好ましい押し出し成形の条件は、ルーダー温度が

250～350℃、Tダイ温度が250～350℃、成形ロールの温度が100～200℃である。この成形において、ルーダーまたはTダイの温度を350℃以上に高くすると樹脂が熱分解して黒くコゲたり、または黄変したりするので好ましくない。また、その逆にルーダーまたはTダイの温度を250℃よりも低くすると、溶融した樹脂の流動性が悪くなり、基板の厚さが不均一になったり複屈折が生じたりする。使用する樹脂によって上記の問題が生じなければ、ルーダーまたはTダイの温度が200～400℃の範囲でも溶融することができる。

押し出し速度は2m/分以上、好ましくは10m/分以上である。成形ロールの好ましい温度は、成形ロール、加圧ロールともに100～200℃である。このロール温度が200℃を超えて高くなると成形する樹脂がロールに貼り付いてしまったり割れにくくなったり、離型時に樹脂の端面が割れたりする。また、その逆にロール温度が100未満で低いとロールに形成してある凹凸パターンを転写することができなくなる。

本発明の光記録媒体用基板の製造方法により製造された基板には、光記録層または反射層、その他必要に応じて保護層などを設けて光記録媒体を作成する。これらの方法または材料は一般に光記録媒体に用いられているものを自由に選択して用いることができる。

本発明の光記録媒体用基板は、例えば、光ディスク、光カード、光テープ、光コイン等のあらゆる光記録媒体に用いることができる。

#### 〔実施例〕

以下、実施例を示し、本発明をさらに具体的に説明する。

#### 実施例1

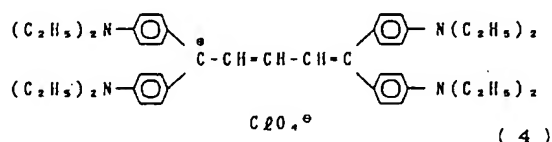
水酸化ナトリウム3.7kgを水42Lに溶解し、20℃に保ちながら2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン(BPA)7.3kg、ヒドロサルファイト8gを溶解した。これにメチレンクロライド28Lを加えて攪拌しつつヒドロキシ安息香酸ステアリル745gを加え、ホスゲン3.5kgを60分間で吹き込んだ。ホスゲンを吹き込み後、激しく攪拌して

反応液を乳化させ、乳化後、8gのトリエチルアミンを加え約1時間攪拌を続け重合させた。重合液を水層と有機層に分離し、有機層をリン酸で中和した後、洗液のpHが中性となるまで水洗を繰り返した後、イソプロパノールを35L加えて、重合物を沈殿させた。沈殿物をろ過し、その後乾燥することにより、白色粉末状のポリカーボネート樹脂を得た。この生成物を塩化メチレン中で数平均分子量を測定すると30000であった。「Q値」は $72 \times 10^6$  cc/sec、光弾性定数を測定すると78ブリュスターズ(Brewsters,  $10^{-12}$  m<sup>2</sup>/N)であった。DSCの測定から、ガラス転移点は $T_g = 130^\circ\text{C}$ であった。

この樹脂を1.6μmピッチ、0.6μm幅、深さ700μmの連続溝が形成されたφ86mmのニッケル製スタンプが接着剤(W-ボンド; AI、日化精工)により接着されたロール径300mmの鉄製ロールが取り付けられた押出成形機(日立造船、SHT 90-32DVG)に投入して、ルーダー温度270℃、Tダイ温度265℃、成形・加圧ロール温度がそれぞれ

れ120℃の条件で、上記ポリカーボネート樹脂を成形して、2.3mm/分の速度で、1.2mmの厚さに押し出した。押し出された基板を測定したところ、複屈折はダブルパスで10nm以下であった(日本電子光学社、複屈折測定機、 $\lambda = 830\text{nm}$ で測定)。また、光透過率は89%で十分に透明であった(日立U-3400、 $\lambda = 830\text{nm}$ で測定)。面振れ量はp-pで50 $\mu\text{m}$ 以下で十分小さかった(カルツァイス社、三次元測定機で測定)。また、糸引きなどは見られなかった。

次に、この基板を86mm $\phi$ に切断して、下記構造式(4)で示される、光記録材料を溶剤塗布した。



保護基板には0.3mm厚のポリカーボネート(帝人化成、バンライト251)を86mm $\phi$ に切断して、

機層に分離し、有機層をリン酸で中和した後、洗液のpHが中性となるまで水洗を繰り返した後、イソプロパノールを35 $\text{L}$ 加えて、重合物を沈殿させた。沈殿物をろ過し、その後乾燥することにより、白色粉末状のポリカーボネート樹脂を得た。この生成物を塩化メチレン中で数平均分子量を測定すると30000であった。「Q値」は $76 \times 10^6 \text{ cc/sec}$ であった。光弾性定数を測定すると79ブリュスターズ(Brewsters,  $10^{-12} \text{ m}^2/\text{N}$ )であった。DSCの測定から、ガラス転移点は $T_g = 130^\circ\text{C}$ であった。

次に、実施例1と同様の方法で光記録媒体用基板を作製した。作製した基板を実施例1と同様に測定すると、複屈折は10nm以下で十分小さかった。また、光透過率は91%で十分に透明であった。面振れ量はp-pで30 $\mu\text{m}$ と十分に小さかった。また、糸引きなどは見られなかった。

この基板を実施例1と同様に光記録層を形成して記録・再生を行なったところ、C/N比で55dB、ビットエラーレートは $1 \times 10^{-6}$ であった。実施例

0.3mmのエアーギャップを持つように接着した。記録・再生したところ、ディスクの回転数1800rpm、書き込み周波数3MHz、書き込みパワー6mW、読み出しパワー0.5mWで、C/N比は57dB、ビットエラーレートは $1 \times 10^{-6}$ であった。この値は60℃、90%RHの条件で1000時間保存しても、読み取り特性、書き込み特性ともに変化がなかった。

#### 実施例2

実施例1と同様に、水酸化ナトリウム3.7kgを水42 $\text{L}$ に溶解し、20℃に保ちながら2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン(BPA)7.3kg、2,6-ジメチル-2,4,6-トリ(4-ヒドロキシフェニル)ヘプテン325g、ハイドロサルファイト8gを溶解した。これにメチレンクロライド28 $\text{L}$ を加えて攪拌しつつラウリン酸クロライド455gを加え、ホスゲン3.5kgを60分間で吹き込んだ。ホスゲンを吹き込み後、激しく攪拌して反応液を乳化させ、乳化後、8gのトリエチルアミンを加え約1時間攪拌を続け重合させた。重合液を水層と有

1と同様に保存したところ、C/N、ビットエラーレートともに変化しなかった。

#### 実施例3

実施例1と同様に、水酸化ナトリウム3.7kgを水42 $\text{L}$ に溶解し、20℃に保ちながら2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン(BPA)7.3kg、2,6-ジメチル-2,4,6-トリ(4-ヒドロキシフェニル)ヘプテン325g、ハイドロサルファイト8gを溶解した。これにメチレンクロライド28 $\text{L}$ を加えて攪拌しつつステアリン酸クロライド504gを加え、ホスゲン3.5kgを60分間で吹き込んだ。ホスゲンを吹き込み後、激しく攪拌して反応液を乳化させ、乳化後、8gのトリエチルアミンを加え約1時間攪拌を続け重合させた。重合液を水層と有機層に分離し、有機層をリン酸で中和した後、洗液のpHが中性となるまで水洗を繰り返した後、イソプロパノールを35 $\text{L}$ 加えて、重合物を沈殿させた。沈殿物をろ過し、その後乾燥することにより、白色粉末状のポリカーボネート樹脂を得た。この生成物を塩化メチレン中で数平均分子量を測



定すると30000であった。「Q値」は $51 \times 10^6$  cc/secであった。光弾性定数を測定すると89ブリュスターズ (Brewsters,  $10^{-12}$  m<sup>2</sup>/N) であった。DSCの測定から、ガラス転移点は $T_g = 128^\circ\text{C}$ であった。

次に、実施例1と同様の方法で光記録媒体用基板を作製した。作製した基板を実施例1と同様に測定すると、複屈折は10nm以下で十分小さかった。また、光透過率は90%で十分に透明であった。面振れ量はp-pで30μmと十分に小さかった。また、糸引きなどは見られなかった。

この基板を実施例1と同様に光記録層を形成して記録・再生を行なったところ、C/N比で55dB、ビットエラーレートは $1 \times 10^{-6}$ であった。実施例1と同様に保存したところ、C/N、ビットエラーレートともに変化しなかった。

#### 比較例1

市販のポリカーボネート (帝人化成、AD5503) を用いて、実施例1と同じ方法で光記録媒体用基板を作製した。作製した基板を実施例1と同じよ

うに測定すると、複屈折は10nm以下で十分小さかった。また、光透過率は90%で十分に透明であったものの、基板の端面がひび割れていて実用に耐えない基板であった。基板の強度が不足しているために基板は1mm以上湾曲してうねっている。そのために光記録媒体を製造するのは不可能であった。

#### [発明の効果]

以上説明した様に、本発明によれば、特定のビス (ヒドロキシフェニル) アルカン系ポリカーボネート樹脂を押し出し成形により成形することにより、複屈折が小さく、成形性の良い光記録媒体用基板を容易に連続的に製造できる効果が得られる。

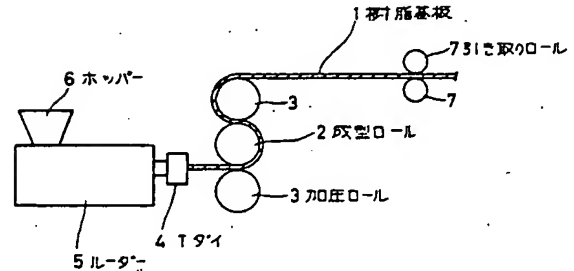
#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の光記録媒体用基板の製造方法の一例を示す説明図および第2図は従来の光記録媒体を示す断面図である。

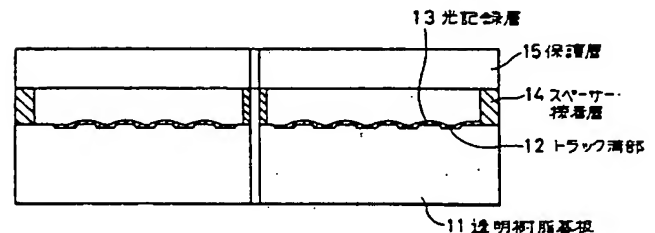
- 1…樹脂基板
- 2…成形ロール

- 3…加圧ロール
- 4…Tダイ
- 5…ルーダー
- 6…ホッパー
- 7…引き取りロール
- 11…透明樹脂基板
- 12…トラック溝部
- 13…光記録層
- 14…スペーサー・接着層
- 15…保護層

第1図



第2図



出願人 キヤノン株式会社

代理人 渡辺 純 廣